

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2000-219595

(43)Date of publication of application : 08.08.2000

(51)Int.Cl.

C30B 23/00

(21)Application number : 11-020697

(71)Applicant : SHIKUSUON:KK

(22)Date of filing : 28.01.1999

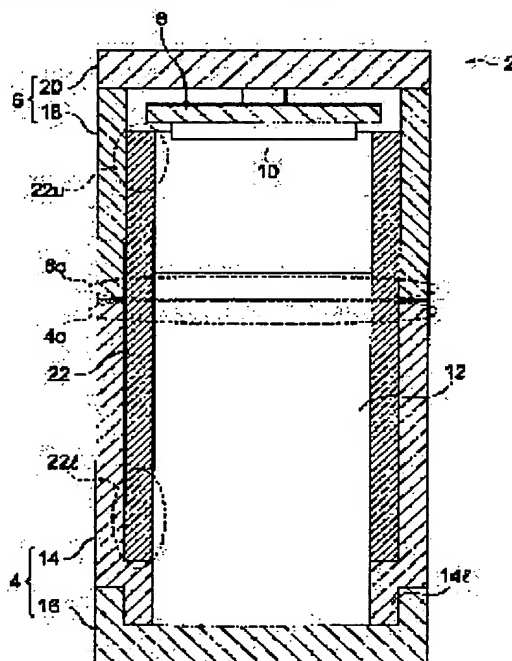
(72)Inventor : SHIOMI HIROSHI  
KONDO SHUHEI

## (54) CRUCIBLE, CRYSTAL GROWTH DEVICE AND CRYSTAL GROWTH METHOD

## (57)Abstract:

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To provide a crucible capable of preventing a raw material from leaking to the outside and efficiently growing a single crystal on a seed crystal, and also to provide a device and a method for crystal growth, using the crucible.

**SOLUTION:** This crucible 2 to be applied to a device for crystal growth is provided with a first outer pipe 4 which has one closed end and is capable of receiving a raw material 12, and a second outer pipe 6 which has one closed end and the open end 6o of which is connected to the open end 4o of the first outer pipe 4 and also which has within it a seed crystal placement section 8 capable of placing a seed crystal 10, and accordingly, capable of growing a crystal on the seed crystal 10 by sublimation of the raw material 12. Further, in the crucible 2, an inner pipe 22 which has a cylindrical shape and the outer peripheral surface of one end 221 of which is in contact with the inner peripheral surface of the first outer pipe 4 and the outer peripheral surface of the other end 22u of which is in contact with the inner peripheral surface of the second outer pipe 6, is placed.



## LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 12.05.2005

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2000-219595

(P2000-219595A)

(43) 公開日 平成12年8月8日(2000.8.8)

(51) Int.Cl.<sup>7</sup>

C 3 0 B 23/00

識別記号

F I

C 3 0 B 23/00

テーマコード(参考)

4 G 0 7 7

審査請求 未請求 請求項の数7 O L (全 7 頁)

(21) 出願番号 特願平11-20697

(22) 出願日 平成11年1月28日(1999.1.28)

(71) 出願人 599012835

株式会社シクスオン

京都府京都市東山区下河原通八坂烏居前下

ル下河原町463番地の1 グレーシイ京都

東山707号

(72) 発明者 塩見 弘

大阪府吹田市原町1-6-19

(72) 発明者 近藤 修平

兵庫県姫路市大津区天満422-8

(74) 代理人 100088155

弁理士 長谷川 芳樹 (外4名)

Fターム(参考) 4G077 AA02 BE08 DA01 EG25 SA04

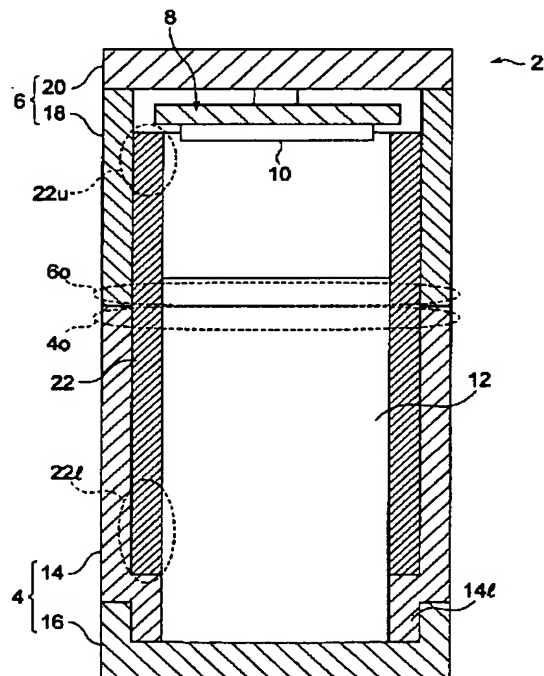
SA11

(54) 【発明の名称】 増埧、結晶成長装置、および、結晶成長方法

(57) 【要約】

【課題】 原料の外部への漏れを防止できるとともに、種結晶上に単結晶を効率良く成長させることができる増埧、結晶成長装置、および結晶成長方法を提供すること。

【解決手段】 結晶を成長させる装置に適用され、原料12を収容可能な第一の有底外管4と、第一の有底外管4の開口端4oにその開口端6oが接続されると共に種結晶10を配置可能な種結晶配置部8を含む第二の有底外管6と、を有し、原料12の昇華に伴って種結晶10上に結晶が成長可能な増埧2において、筒状形状をなし、一端221の外周面が第一の有底外管4の内周面に接触し、他端22uの外周面が第二の有底外管6の内周面に接触する内管22を更に備えることを特徴とする。



**【特許請求の範囲】**

【請求項 1】 結晶を成長させる装置に適用され、原料を収容可能な第一の有底外管と、前記第一の有底外管の開口端にその開口端が接続されると共に種結晶を配置可能な種結晶配置部を含む第二の有底外管と、を有し、前記原料の昇華に伴って前記種結晶上に前記結晶が成長可能な坩堝において、筒状形状をなし、一端の外周面が前記第一の有底外管の内周面に接触し、他端の外周面が前記第二の有底外管の内周面に接触する内管を更に備えることを特徴とする坩堝。

【請求項 2】 前記内管の前記他端は、前記種結晶配置部の周囲近傍に位置することを特徴とする請求項 1 記載の坩堝。

【請求項 3】 前記内管は、所定の開口孔を有するマスク部を有し、前記開口孔に臨む位置に、前記種結晶配置部が位置していることを特徴とする請求項 1 または請求項 2 記載の坩堝。

【請求項 4】 前記内管は、黒鉛またはタンタルなどの高融点材料によって形成されていることを特徴とする請求項 1 ～請求項 3 のうち何れか一項記載の坩堝。

【請求項 5】 前記内管の外周部は黒鉛によって形成され、前記内管の内周部は黒鉛を除くタンタルなどの高融点材料によって形成されていることを特徴とする請求項 1 ～請求項 3 のうち何れか一項記載の坩堝。

【請求項 6】 請求項 1 ～請求項 5 記載のうち何れか一項に坩堝と、前記坩堝を加熱可能な加熱手段とを少なくとも備えることを特徴とする結晶成長装置。

【請求項 7】 請求項 6 記載の結晶成長装置を準備する準備工程と、前記加熱手段により前記坩堝を加熱する加熱工程と、を備えることを特徴とする結晶成長方法。

**【発明の詳細な説明】****【0001】**

【発明の属する技術分野】 本発明は、昇華法により炭化ケイ素単結晶などを成長させるために用いられる坩堝、これを用いた結晶成長装置、および、結晶成長方法に関するものである。

**【0002】**

【従来の技術】 従来、昇華法によって SiC 単結晶などを成長させるために使用される坩堝として、たとえば特開平 2-30699 号公報の図 1 に示されたような、原料を収容するカップ状の坩堝が使用されていた。そして、SiC 単結晶などの成長を行うに際しては、種結晶が固定された蓋をこの坩堝の上面に被せることで、内部の気密を保っていた。

【0003】 しかし、このタイプの坩堝によって単結晶成長を行った場合、生成された単結晶を取り出すには坩堝を割らなければならず、坩堝の再利用を行うことができなかった。この問題を解消し得る坩堝として、たとえば特開平 8-245299 号公報の図 9 に示されたよう

な、原料を収容する下側の有底円筒と種結晶配置部が設けられた上側の有底円筒とを対向配置させた坩堝がある。このタイプの坩堝によれば、生成された単結晶を取り出すには下側の有底円筒と上側の有底円筒とを分離させればよいと、坩堝を割る必要がなくなり、坩堝の再利用を図ることができる。

**【0004】**

【発明が解決しようとする課題】 しかし、特開平 8-245299 号公報に示された下側の有底円筒と上側の有底円筒とから成るタイプの坩堝には、次のような問題があった。すなわち、図 7 に示すように、原料 58 を収容する下側の有底円筒 52 と種結晶 60 が固定された上側の有底円筒 54 とによって坩堝 50 が形成されているため、両者の接続部分 56 に存在する微小な隙間から、昇華した原料ガスが外部に漏れるという問題があった。

【0005】 また、原料 58 を昇華させて種結晶 60 上に効率良く単結晶を成長させるために、原料 58 を囲う部分すなわち下側の有底円筒 52 が最も加熱されるのだが、このとき、別体であるがゆえに下側の有底円筒 52 から上側の有底円筒 54 への熱伝達が行われにくいという問題があった。この結果、上側の有底円筒 54 の温度が低くなり、上側の有底円筒 54 の内周面 54a で SiC などが再結晶してしまい、原料 58 の使用効率が低下して種結晶 60 上に大型の単結晶を成長させることが困難であった。

【0006】 本発明は、かかる事情に鑑みてなされたものであり、原料の外部への漏れを防止できるとともに、種結晶上に単結晶を効率良く成長させることができる坩堝、これを用いた結晶成長装置、および、結晶成長方法を提供することを目的とする。

**【0007】**

【課題を解決するための手段】 上記課題を解決するために、本発明に係る坩堝は、結晶を成長させる装置に適用され、原料を収容可能な第一の有底外管と、第一の有底外管の開口端にその開口端が接続されると共に種結晶を配置可能な種結晶配置部を含む第二の有底外管と、を有し、原料の昇華に伴って種結晶上に結晶が成長可能な坩堝において、筒状形状をなし、一端の外周面が第一の有底外管の内周面に接触し、他端の外周面が第二の有底外管の内周面に接触する内管を更に備えることを特徴とする。

【0008】 本発明の坩堝によれば、原料を収容する第一の有底外管から種結晶配置部を有する第二の有底外管まで延在する内管が備えられているため、第一の有底外管の開口端と第二の有底外管の開口端との接続部分から原料が漏れるという事態が防止される。また、原料を昇華させた際に、第二の有底外管の内周面のうち内管で覆われている部分では、原料の再結晶は起こらない。さらに、内管の一端は原料に接するため、昇華させられる際に加熱される原料の熱が内管全体に伝達される。このた

め、内管の温度低下が防止され、当該内管の内周面で原料は再結晶せず、殆どの原料が種結晶上で再結晶することになる。

【0009】また、本発明の坩堝において、内管の他端は、種結晶配置部の周囲近傍に位置することが望ましい。このような構成を採用した場合、第二の有底外管の内周面のうち、当該有底外管の開放端から種結晶配置部が存在する部分までが内管に覆われるため、第二の有底外管の内周面で昇華した原料が再結晶するという事態が一層防止される。

【0010】また、本発明の坩堝において、内管は、所定の開口孔を有するマスク部を有し、開口孔に臨む位置に、種結晶配置部が位置していることが望ましい。このような構成を採用した場合、昇華した原料は、マスク部の開口孔を通過して種結晶配置部に配置される種結晶に到達することができる。このため、種結晶上に単結晶を効率良く成長させることができる。

【0011】さらに、本発明の坩堝において、上記内管の外周部は黒鉛によって形成され、内周部は黒鉛を除くタンタルなどの高融点材料によって形成されていることが望ましい。このような構成を採用した場合、内管を黒鉛のみで形成した場合と異なり、種結晶上で成長する結晶に炭素のインクルージョン等による欠陥が発生する事態を防止できる。また、内管をタンタルのみで形成した場合と比較して、高価なタンタルの使用量が少なくなるためコストを削減できると共に、種結晶上で成長した結晶の熱膨張率とタンタルの熱膨張率との差に起因する熱応力に基づく欠陥が当該結晶に発生する事態を防止することができる。なお、高融点材料には、タンタルのみならず、タンタルカーバイド、ニオブカーバイド、モリブデンカーバイドなどの融点が2000℃を超える金属またはその化合物が含まれる。

【0012】本発明に係る結晶成長装置は、上述の坩堝と、当該坩堝を加熱可能な加熱手段とを少なくとも備えることを特徴とする。本発明の結晶成長装置によれば、加熱手段によって坩堝内の原料が昇華されて、種結晶上で単結晶が成長する。この際、坩堝が上述のような構成となっているため、原料の外部への漏れを防止できるとともに、種結晶上で単結晶を効率良く成長させることができる。

#### 【0013】

【発明の実施の形態】以下、添付図面を参照して、本発明に係る坩堝、結晶成長装置、および、結晶成長方法の好適な実施形態について詳細に説明する。尚、同一要素には同一符号を用いるものとし、重複する記載は省略する。

【0014】【第1実施形態】図1は、本実施形態の坩堝2を示す断面図である。坩堝2は、主に、SiC多結晶からなる原料12を収容する下側の有底外管（第一の有底外管）4と、SiC単結晶からなる種結晶10がそ

の底面に固定された種結晶配置部8が設けられている上側の有底外管（第二の有底外管）6と、から構成されている。また、有底外管4の開口端4oと有底外管6の開口端6oとが接続されて、内部の気密が保たれている。なお、有底外管4、有底外管6、および種結晶配置部8は、黒鉛によって形成されている。また、種結晶10の直径は、約4.5cmで、有底外管4および有底外管6の内径は、約5cmである。

【0015】有底外管4は、略円筒状の側管14と、当該側管14の下側の開放端を塞ぐ底部材16とから成る。なお、側管14の下端部141の径は、その上部の径よりも小さくなっており、この下端部141が、底部材16の内壁面と嵌合している。一方、有底外管6は、円筒形状の側管18と、当該側管18の上側の開放端を塞ぐ円板状の蓋部材20とから成る。蓋部材20の底面には、上述の種結晶配置部8が取り付けられている。なお、本実施形態では、有底外管4は側管14と底部材16を接続して、有底外管6は側管18と蓋部材20を接続して構成されているが、必ずしもこのように別体にする必要はなく、有底外管は一体的に形成してもよい。

【0016】また、有底外管4および有底外管6の内部には、本実施形態の特徴である円筒形状の内管22がはめ込まれている。この内管22は黒鉛からなり、下端部221の外周面は有底外管4の底近傍の内周面と接触しており、上端部22uの外周面は有底外管6の底近傍の内周面と接触している。さらに、内管22の上端部22uは、種結晶配置部8の周囲近傍、詳しくは種結晶10と同程度の高さに位置している。また、内管22の内部には、上記原料12が収容されている。なお、内管22は、タンタル、タンタルカーバイド、ニオブカーバイド、モリブデンカーバイドなどの融点が2000℃を超える高融点金属またはその化合物（高融点材料）によって形成してもよい。

【0017】図2は、図1に示す坩堝2を備えた結晶成長装置30を示す断面図である。坩堝2は、水冷式反応管32内で固定されている。坩堝2の外部には、坩堝2の熱が外部へ伝達するのを防止する熱シールド部材34が設けられている。反応管32の周囲には、坩堝2を加熱するための高周波コイル（加熱手段）36が巻回されている。また、反応管32の頂点部には、アルゴンガスなどの不活性ガスを導入できるガス導入管38が介挿され、反応管32の底部には、不活性ガスを外部に排出するためのガス排出管40が介挿されている。

【0018】以上が、本実施形態の坩堝および結晶成長装置の構成である。次に、図1および図2を参照しながら、この坩堝2および結晶成長装置30によって、SiC単結晶を成長させる方法を説明する。

【0019】まず、有底外管4に内管22を挿入した後、当該内管22内にSiC多結晶から成る原料12を収容する。そして、原料12を収容した後、内管22と

有底外管 6 を嵌合させる。これにより、有底外管 4 の開口端 4 o と有底外管 6 の開口端 6 o とが密着固定し、図 1 に示す坩堝 2 が完成する。次いで、この坩堝 2 を結晶成長装置 30 の反応管 32 内に配置して、図 2 に示す状態とする。

【0020】結晶成長装置 30 の準備が完了したら、高周波コイル 36 によって坩堝 2 を加熱する。このとき、原料 12 の温度が約 2300℃～約 2500℃となり、種結晶 10 の温度が約 2000℃～約 2400℃となるように温度勾配を設ける。これにより、SiC 多結晶からなる原料 12 が昇華して、当該昇華した原料 12 のガスが種結晶 10 に到達し、種結晶 10 の表面に SiC 単結晶が成長する。なお、原料 12 および種結晶 10 の温度設定は、抵抗加熱法によって行ってもよい。

【0021】このとき、本実施形態では、有底外管 4 の底近傍から有底外管 6 の底近傍まで延在する内管 22 が備えられているため、有底外管 4 の開口端 4 o と有底外管 6 の開口端 6 o との接続部分から原料 12 または昇華した原料 12 のガスが外部に漏れるという事態を防止することができる。

【0022】また、原料 12 を昇華させた際に、有底外管 6 の内周面のうち内管 22 で覆われている部分では、SiC の再結晶は起こらない。さらに、内管 22 の下端部 22 l は原料 12 に接するため、加熱される原料 12 の熱が内管 22 全体に伝達される。このため、内管 22 の温度低下が防止され、当該内管 22 の内周面で SiC は再結晶せず、殆どの SiC を種結晶 10 上で再結晶させることができる。

【0023】なお、内管 22 の上端部 22 u の位置は、図 1 のように種結晶配置部 8 の近傍に限定されるわけではなく、種結晶 10 より下方に位置しても良い。但し、有底外管 6 の内周面における SiC の再結晶を確実に防止することを考慮すると、上端部 22 u の位置は種結晶 10 と同程度以上の高さにあることが望ましい。

【0024】種結晶 10 での SiC 単結晶の成長が終了した後は、有底外管 6 を有底外管 4 および内管 22 から抜き出し、さらに、内管 22 を有底外管 4 から抜き出す。これにより、有底外管 6 内に固定された種結晶 10 上に成長した SiC 単結晶を取り出すことができる。このように、本実施形態の坩堝 2 は、有底外管 4 と有底外管 6 を分離できるため、完成した SiC を取り出す際に坩堝を割る必要がなく、坩堝の再利用を図ることができる。

【0025】[第 2 実施形態] 次に、図 3 を用いて、本発明の第 2 実施形態について説明する。図 3 は、本実施形態の坩堝 42 を示す断面図である。本実施形態の坩堝 42 が第 1 実施形態の坩堝 2 と異なるのは、内管 22 の上方に、円形の開口孔 40 が穿設されたマスク部材 44 が取り付けられている点である。なお、本実施形態で使用する種結晶 10 の直径は約 3.5 cm であり、第 1 実施形態よりも小径の種結晶を使用している。開口孔 4

0 の直径は、種結晶 10 の直径と同程度にされており、マスク部材 44 の上面と種結晶配置部 8 とは、約 5 mm の間隔が設けられている。また、マスク部材 44 には、開口孔 40 から下方に広がる傾斜面 44 a が形成されている。

【0026】このような構成の坩堝 42 を図 2 に示す結晶成長装置 30 に組み込んで高周波加熱を行うと、昇華した原料 12 のガスが開口孔 40 を通過して種結晶 10 に到達し、図 4 に示すように、種結晶 10 上に SiC 単結晶のバルク 46 が形成される。このように、マスク部材 44 に形成された開口孔 40 は、種結晶 10 の直径が内管 22 の内径に対して小さい場合に、昇華した原料ガスを種結晶 10 に導ける点で特に有用である。また、本実施形態においても、第 1 実施形態と同様に有底外管 4 の底近傍から有底外管 6 の底近傍まで延在する内管 22 が備えられているため、有底外管 4 の開口端 4 o と有底外管 6 の開口端 6 o との接続部分から原料 12 または昇華した原料 12 のガスが外部に漏れるという事態を防止することができる。

【0027】また、原料 12 を昇華させた際に、有底外管 6 の内周面のうち、内管 22 およびマスク部材 44 で覆われている部分では、SiC の再結晶は起こらない。さらに、内管 22 の下端部 22 l は原料 12 に接するため、加熱される原料 12 の熱が内管 22 全体に伝達される。このため、内管 22 の温度低下が防止され、当該内管 22 の内周面で SiC は再結晶せず、殆どの SiC を種結晶 10 上で再結晶させることができる。

【0028】またさらに、内管 22 の熱はマスク部材 44 にも伝達されるため、SiC 単結晶のバルク 46 を、図 4 に示すように先端部（下部中央）が下方に膨らんだ形状に成長させることができる。これに対し、マスク部材 44 の温度が所定温度よりも低いときは、SiC 単結晶はマスク部材 44 の傾斜面 44 a 上で成長しやすくなる。このため、バルク 46 は傾斜面 44 a に沿って成長し、先端部が凹んだ形状になって長尺のバルクを形成することが困難になる。

【0029】バルク 46 が完成した後は、図 5 に示すように、有底外管 4 と有底外管 6 の接続および内管 22 とマスク部材 44 の接続を切り離す。これにより、種結晶 10 上に成長した SiC 単結晶のバルク 46 を取り出すことができる。このように、本実施形態の坩堝 42 においても、第 1 実施形態と同様に有底外管 4 と有底外管 6 を分離できるため、完成した SiC を取り出す際に坩堝を割る必要がなく、坩堝の再利用を図ることができる。

【0030】なお、マスク部材 42 は、内管 22 の上方でなく内管 22 の内部に收容させてもよい。また、マスク部材 42 と内管 22 は、一体的に形成してもよい。これらのときは、内管からマスク部材への熱伝達率が向上し、より長尺のバルク 46 を生成することができる。

【0031】[第 3 実施形態] 次に、図 6 を用いて、本

発明の第3実施形態について説明する。図6は、本実施形態の坩堝42を示す断面図である。本実施形態の坩堝42が第2実施形態の坩堝2と異なるのは、内管22の構成である。本実施形態の内管22は、黒鉛からなる外側円筒（外周部）22oと、タンタルからなる内側円筒（内周部）22iとから構成されている。なお、内管22の内周部のタンタルは、厚さ約0.1mm程度の薄膜としてもよい。

【0032】このような構成を採用した場合、上記各実施形態のように内管22を黒鉛のみで形成した場合と異なり、種結晶10上で成長するSiC単結晶に炭素のインクルージョン等による欠陥が発生する事態を防止できる。また、内管22をタンタルのみで形成した場合と比較して、高価なタンタルの使用量が少なくなるためコストを削減できると共に、種結晶10上で成長したSiC単結晶の熱膨張率とタンタルの熱膨張率との差に起因する熱応力に基づく欠陥が当該SiC単結晶に発生する事態を防止することができる。

【0033】実際に、本実施形態の坩堝42によって成長させたSiC単結晶の欠陥量を測定したところ、次のような結果を得ることができた。まず、内管22を黒鉛のみで形成した場合と比較すると、炭素のインクルージョン等による欠陥が約23%減少し、さらに、マイクロパイプ等の結晶欠陥が約47%減少した。また、内管22をタンタルのみで形成した場合と比較して、SiC単結晶の熱膨張率とタンタルの熱膨張率との差に起因する熱応力に基づく結晶欠陥を約10%低減することができた。

【0034】以上、本発明者らによってなされた発明を実施形態に基づき具体的に説明したが、本発明は上記実施形態に限定されるものではない。例えば、坩堝および結晶成長装置の用途は、SiC単結晶の成長に限定されるわけではなく、この他、ZnSe等のII-VI族化合物半導体やGaN等のIII-V族化合物半導体など、広く気相法による結晶成長にも使用することができる。また、内管の形状は円筒形状に限られず、有底外管の形状に合わせて角筒形状などにしてもよい。

# 【0035】

【発明の効果】以上説明したように、本発明によれば、原料を収容する第一の有底外管から種結晶配置部を有する第二の有底外管まで延在する内管が備えられているため、第一の有底外管の開口端と第二の有底外管の開口端との接続部分から原料が漏れるという事態を防止できる。また、原料を昇華させた際に、第二の有底外管の内周面のうち内管で覆われている部分では、原料の再結晶は起こらない。さらに、内管の一端は原料に接するため、昇華させられる際に加熱される原料の熱が内管全体に伝達される。このため、内管の温度低下を防止でき、当該内管の内周面で原料は再結晶せず、殆どの原料を種結晶上で再結晶させることができる。

## 【図面の簡単な説明】

【図1】第1実施形態の坩堝を示す断面図である。

【図2】図1に示す坩堝が配置された結晶成長装置を示す断面図である。

【図3】第2実施形態の坩堝を示す断面図である。

【図4】第2実施形態の坩堝によりSiC単結晶を成長させた状態を示す図である。

【図5】第2実施形態の坩堝を分離した状態を示す図である。

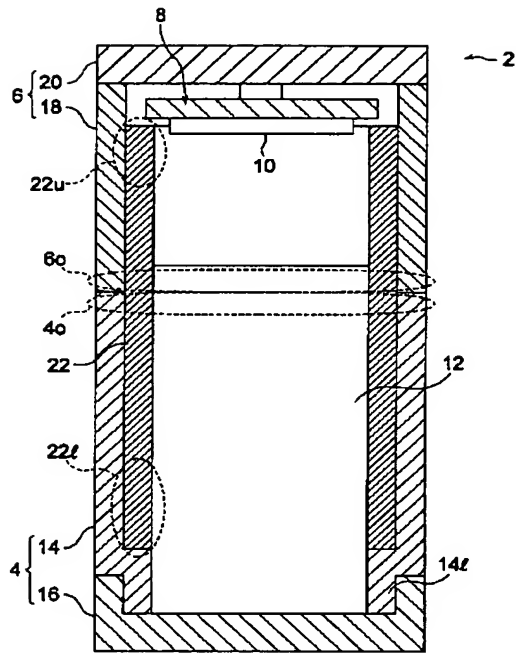
【図6】第3実施形態の坩堝を示す断面図である。

【図7】従来の坩堝を示す断面図である。

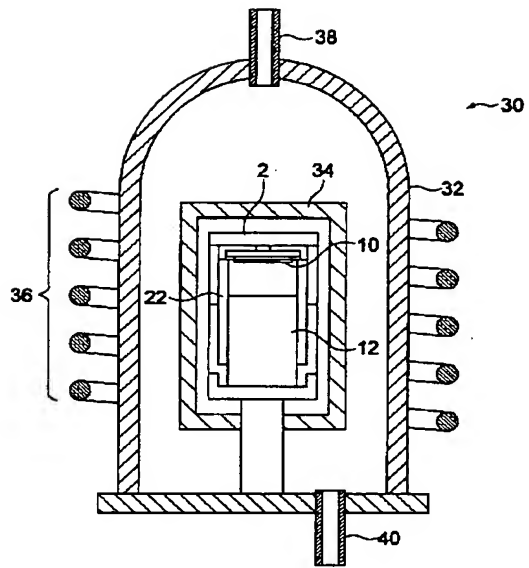
## 【符号の説明】

2…坩堝、4o…開口端、4…有底外管（第一の有底外管）、6o…開口端、6…有底外管（第二の有底外管）、8…種結晶配置部、10、60…種結晶、12、58…原料、14…側管、16…底部材、18…側管、20…蓋部材、22…内管、22o…外側円筒（外周部）、22i…内側円筒（内周部）、30…結晶成長装置、32…反応管、34…熱シールド部材、36…高周波コイル（加熱手段）、38…ガス導入管、40…ガス排出管、40…開口孔、42…坩堝、44…マスク部材、44a…傾斜面、46…バルク、50…坩堝、52、54…有底円筒、54a…内周面、56…接続部分。

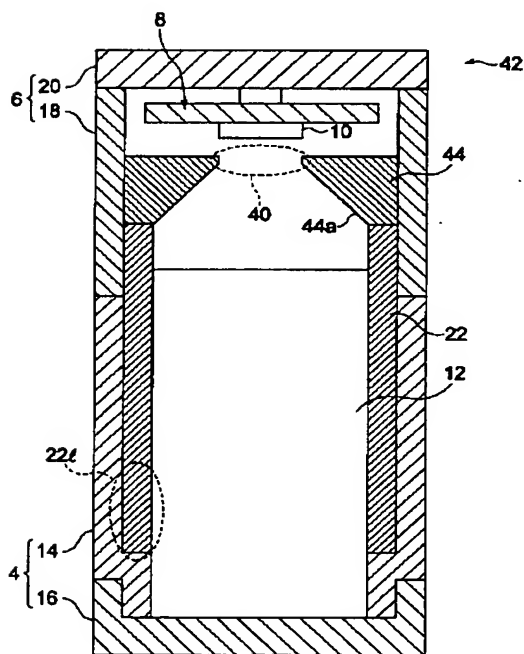
【図 1】



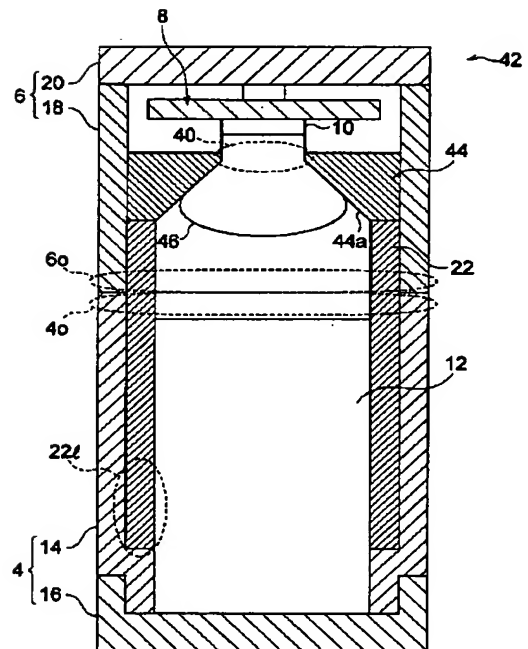
【図 2】



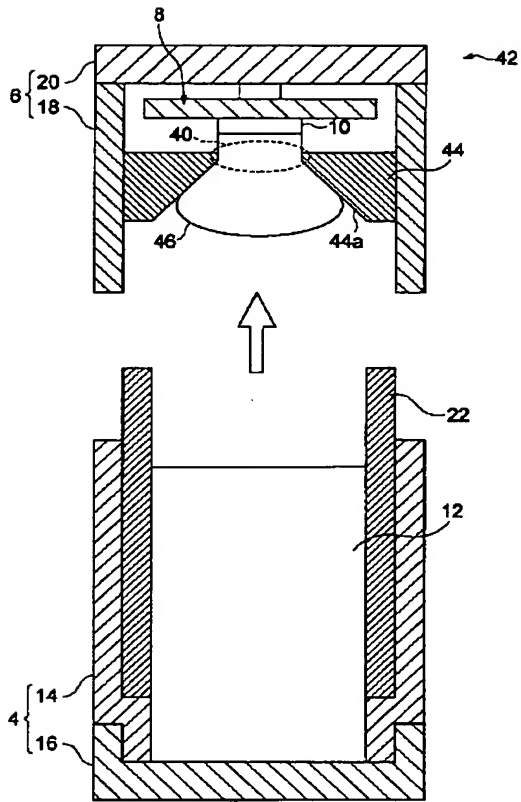
【図 3】



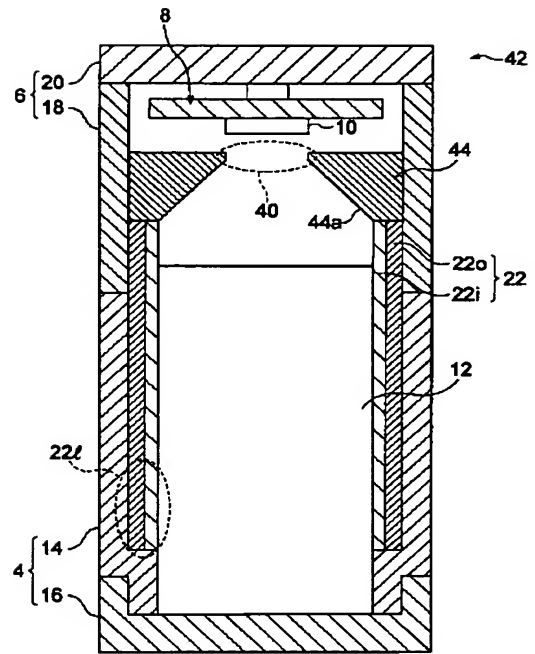
【図 4】



【図 5】



【図 6】



【図 7】

